

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-209335  
(43)Date of publication of application : 13.08.1996

(51)IntCl. C23C 14/06  
B23B 27/14  
C22C 29/00  
C23C 16/36

(21)Application number : 07-034612 (71)Applicant : HITACHI TOOL ENG LTD  
(22)Date of filing : 31.01.1995 (72)Inventor : SADOHARA TAKESHI

**(54) COATED HARD MEMBER****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To increase the adhesion of a film and to improve wear resistance and breaking resistance by specifying the X-ray diffraction pattern of a film, in the member prepared by coating the surface of a base material with carbides, etc., of Ti and other specific elements by PVD method, etc.

**CONSTITUTION:** This coated hard member can be produced by coating the surface of a base material with the carbides, nitrides, and carbonitrides of binary system or ternary system selected from Ti, group IVa metals other than Ti, group Va metals, group VIA metals, and Al by PVD or CVD method. Further, when the peak intensity in (200) plane in the X-ray diffraction pattern of the film is  $I(200)$  and also the peak intensity in (111) plane is  $I(111)$ ,  $I_a$  value represented by equation  $I_a = I(200)/I(111)$  is  $\geq 1.5$ . The  $I_a$  value can be regulated by the bias voltage value, and, at medium voltage (50-100V), residual stress is decreased because of proper ion bombardment and adhesion is increased. When  $I_a$  value exceeds 1.5, the critical load value by a scratch testing machine is increased and adhesion is improved.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 07.04.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3016703

[Date of registration] 24.12.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] In the covering hard member which comes to cover with PVD or CVD the carbide of periodic tables 4a and 5a other than Ti and Ti, 6a group, the 2 yuan system chosen from aluminum, or a 3 yuan system, a nitride, and a charcoal nitride on a base front face When peak intensity of I (200) and a field (111) is set to I (111) for the peak intensity of the field in the X-ray diffraction pattern (200) of a coat, they are following formula  $I_a = I(200) / I(111)$ .

The covering hard member which comes out and is characterized by  $I_a$  value expressed being 1.5 or more.

[Claim 2] the layer of the aforementioned coat, the carbide of AlN, the periodic tables 4a and 5a, and 6a group, a nitride, a charcoal nitride, and \*\* -- the covering hard member according to claim 1 characterized by making into the multilayer more than two-layer the layer chosen out of one inside

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] this invention relates to the covering hard member used as the cutting tool excellent in abrasion resistance and deficit-proof nature, and an abrasion-resistant tool.

[0002]

[Description of the Prior Art] Many covering hard members which used the hard layer of carbide, such as Ti and Zr, a nitride, and a charcoal nitride by the physical vapor deposition (PVD is called hereafter.) or the chemical vapor deposition (CVD is called hereafter.) are used for the base front face the sake [ on the abrasion resistance of a cutting tool or an abrasion-resistant tool, and a deficit-proof disposition ]. Since the covering hard member produced especially by PVD has membrane formation temperature as low as 500 degrees C or less, there is almost no reaction of a coat and a base material, and it can harness a base material intensity. Therefore, at present, it is mostly used to the throwaway tip for milling cutter cutting, an end mill, etc.

[0003] However, since cutting of high degree-of-hardness material and improvement in the speed of a cutting speed are progressing and thermal resistance is inferior in carbide, such as the above Ti and Zr, a nitride, and a charcoal nitride, when the edge of a blade becomes an elevated temperature, a coat deteriorates and a cutting life is short recently. Then, N layer excellent (Ti, aluminum) in oxidation resistance comes to attract attention, and the development is furthered. This layer demonstrates the performance excellent also in the field of a high speed cutting in which it excels in thermal resistance and the edge of a blade becomes an elevated temperature from the aforementioned hard layer, and is firmly excellent also in abrasion resistance with Vickers hardness 2300-3000 further. Moreover, the patent (U.S. JP,4871434,B) about JP,5-57705,B which limited the proportion of Ti/aluminum as an improvement proposal, or a coat which is called N (Ti, aluminum, Zr) and N (Ti, aluminum, V) and which was further formed into many dimensions is also proposed.

[0004] Furthermore, when carbide, such as Ti and Zr, and a nitride are formed on a base by PVD, CVD, etc., the coat which carried out orientation to the specific field according to the crystallinity on the front face of a base and the gas ambient atmosphere in membrane formation equipment, and conditions can be obtained. The crystallinity of the coat of the carbide of Ti, Zr, and Hf which were covered by the cemented carbide or the base front face of a cermet, a nitride, and a charcoal nitride is indicated by JP,56-156767,A about the covering hard metal which comes to carry out orientation to a field (200) strongly. Thus, by controlling the crystal stacking tendency of the coat formed, a layer property can be raised and the abrasion resistance of a covering hard metal and deficit-proof nature are improved.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, in order for the property of a coat to also change by Ti / aluminum ratio about the aforementioned (Ti, aluminum) N layer, it is difficult to obtain the layer of a high degree of hardness. Furthermore the crystal stacking tendency of a coat is not examined and a problem is in the adhesion of a coat and a base. this invention aims at offer of a covering hard member which raised adhesion and was excellent in abrasion resistance and deficit-proof nature by making the crystal stacking tendency of a coat the optimum, when making the carbide of the 2 yuan system which solves the aforementioned trouble and is chosen on a hard member from periodic tables 4a and 5a other than Ti and Ti, 6a group, and aluminum, or a 3 yuan system, a nitride, and a charcoal nitride cover.

[0006]

[Means for Solving the Problem] this invention person found out that there was optimum crystal orientation side, as a result of covering the nitride of a 2 yuan system chosen from periodic tables 4a and 5a other than Ti and Ti, 6a group, and aluminum on a superhard member front face and examining adhesion of the crystal stacking tendency of a coat, and a base. The covering hard member of this invention by PVD or CVD on a base front face Namely, periodic-table 4a other than Ti and Ti, In the covering hard member which comes to cover the carbide of 5a, 6a group, the 2 yuan system chosen from aluminum, or a 3 yuan system, a nitride, and a charcoal nitride When peak intensity of I (200) and a field (111) is set to I (111) for the peak intensity of the field in the X-ray diffraction pattern (200) of a coat, they are  $I_{a=I}(200) / I(111)$ .

It comes out and is characterized by  $I_a$  value expressed being 1.5 or more. Moreover, it is characterized by making into the multilayer more than two-layer the layer chosen out of one of the layer of the aforementioned coat, the carbide of AlN, the periodic tables 4a and 5a, and 6a group, a nitride, and charcoal nitrides.

[0007]

[Function] Various alloy targets are prepared for Table 1, and the evaluation result of the critical load value by the scratch testing machine in case 3 micrometers of bias voltage values are produced on condition that an inside voltage (50-100V), the high voltage (150-200V), and a ten to 1 Pa reactant gas (nitrogen) pressure and the aforementioned  $I_a$  values differ various coats is shown in it by the arc ion-plating method. In addition, the base used for membrane formation is the sintered carbide tool of 84WC-3TiC-1TiN-3TaC-9vol%Co composition.

[0008]

[Table 1]

番号	膜質	ピーク強度比	臨界荷重値	バイアス電圧値
			(N)	(V)
比較例	1 (Ti, Al) N	1.2	31	150
	2 (Ti, Zr) N	0.9	27	200
	3 (Ti, V) N	1.1	24	180
	4 (Ti, Hf) N	0.8	25	160
	5 (Ti, Cr) N	1.4	28	150
	6 (Ti, Nb) N	1.0	21	190
本発明例	7 (Ti, Al) N	2.3	54	80
	8 (Ti, Zr) N	1.6	50	90
	9 (Ti, V) N	2.5	45	60
	10 (Ti, Hf) N	3.1	47	90
	11 (Ti, Cr) N	2.7	51	60
	12 (Ti, Nb) N	1.9	42	70

[0009] By the way, the value of  $I_{a=I(200)} / I_{(111)}$  can be adjusted with a bias voltage value from Table 1. In an inside voltage and a low bias voltage value, although the residual compression stress is also small excellent in adhesion for the suitable ion bombardment, if it is made a high bias voltage value, an ion bombardment will become large, a residual compression stress will also become large, and a layer will become easy to exfoliate. However, since ion bombardment conversely sufficient with the low bias voltage value below 50V is not obtained, a layer will exfoliate. Therefore, the inside voltage was made into the rated-bias voltage value in the arc ion plating system used for this study.

[0010] When  $I_{a=I(200)} / I_{(111)}$  exceeds 1.5 in every coat after this, it turns out that a critical load value becomes large and adhesion improves. From this, the value of  $I_a$  was determined or more as 1.5. this invention is applicable also to carbide and a charcoal nitride besides the aforementioned nitride. Moreover, this invention is applicable also to periodic tables 4a and 5a other than Ti and Ti, 6a group, the carbide of the 3 yuan system chosen from aluminum, a nitride, and a charcoal nitride. Further again, this invention does not limit the base which forms a coat and should just choose it suitably according to intended use, such as WC cemented carbide, a cermet, a high speed steel, or a wear resistant alloy. Hereafter, an example explains this invention in detail.

[0011]

[Example] it becomes composition of 84WC-3TiC-1TiN-3TaC-9vol%Co -- as -- WC powder of 2.5 micrometers of commercial mean particle diameters -- said -- 1.5-micrometer TiC powder and this TiN powder -- said -- 1.2-micrometer TaC powder was mixed with the ball mill for 96 hours, the throwaway tip of SEE42TN was pressed after the xeraxis granulation, and the predetermined tool configuration was processed after sintering

[0012] Various alloy targets were prepared by the arc ion-plating method on this chip, and a coat which is shown in Table 2 was formed. And it asked for the length of cut until the following cutting conditionss perform a milling cutter cutting examination and the maximum abrasion loss becomes 0.2mm about these coated carbide tools. The result is written together to Table 2.

\*\*ed material SKD61 cutting speed It sends 250m / min. 0.2mm / blade slitting 2.0mm cutting oil Nothing tool configuration SEE42TN-G9Y [0013]

[Table 2]

番号	膜厚 μm	ピーク強度比	切削長	摩耗状態
			(mm)	
従来例	1 3	1.2	2.3	正常摩耗
	2 3	0.9	2.1	"
	3 3	1.1	1.9	剥離による異常摩耗
	4 3	0.8	1.7	"
	5 3	1.4	2.2	"
	6 3	1.0	2.1	"
本発明例	7 3	2.3	2.9	正常摩耗
	8 3	1.6	3.1	"
	9 3	2.5	2.7	"
	10 3	3.1	3.0	"
	11 3	2.7	2.8	"
	12 3	1.9	2.7	"

[0014] From Table 2, since it has the outstanding abrasion resistance that a length of cut until the maximum abrasion loss gives each to 0.2mm rather than the conventional material is prolonged and the adhesion of a coat is excellent, this invention material 7-12 shows the cutting-ability ability in which a chipping which was seen by the conventional material, and \*\*\*\* were excellent few.

[0015]

[Effect of the Invention] by having 1.5 or more coats, intensity-ratio  $I_{a=I(200)} / I_{(111)}$  of an X-ray diffraction pattern (111) raise the adhesion with a base, is excellent in abrasion resistance, and is markedly alike, and, as for the covering hard member of this invention, a long life is acquired

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-209335

(43) 公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/06	L			
	P			
B 2 3 B 27/14	A			
C 2 2 C 29/00	Z			
C 2 3 C 16/36				

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-34612

(22) 出願日 平成7年(1995)1月31日

(71) 出願人 000233066

日立ツール株式会社

東京都江東区東陽4丁目1番13号

(72) 発明者 佐土原 毅

千葉県成田市新泉13番地の2 日立ツール

株式会社成田工場内

(54) 【発明の名称】 被覆硬質部材

(57) 【要約】

【目的】 皮膜の結晶配向性を最適にすることにより密着性を向上させ耐摩耗性、耐欠損性に優れた被覆硬質部材の提供を目的とする。

【構成】 基体表面にTiとTi以外の周期律表4a、5a、6a族、Alの中から選ばれる2元素、ないし3元素の炭化物、窒化物、炭窒化物を被覆してなる被覆硬質部材において、皮膜のX線回折パターンにおける(200)面のピーク強度をI(200)、(111)面のピーク強度をI(111)としたときに次式 $I_a = I(200) / I(111)$ で表されるIa値が1.5以上とする事による被覆硬質部材。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基体表面に PVD または CVD 法によって Ti と Ti 以外の周期律表 4a、5a、6a 族、Al の中から選ばれる 2 元系、ないし 3 元系の炭化物、窒化物、炭窒化物を被覆してなる被覆硬質部材において、皮膜の X 線回折パターンにおける (200) 面のピーク強度を  $I(200)$ 、(111) 面のピーク強度を  $I(111)$  としたときに、次式

$$I_a = I(200) / I(111)$$

で表される  $I_a$  値が 1.5 以上であることを特徴とする被覆硬質部材。

【請求項 2】 前記皮膜の層と AlN、周期律表 4a、5a、6a 族の炭化物、窒化物、炭窒化物、のうち 1 つから選ばれる層を 2 層以上の多層としたことを特徴とする請求項 1 記載の被覆硬質部材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用範囲】 本発明は耐摩耗性、耐欠損性に優れた切削工具、及び耐摩工具として用いられる被覆硬質部材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 切削工具や耐摩工具の耐摩耗性、耐欠損性向上のために基体表面に物理蒸着法（以下、PVD と称する。）や化学蒸着法（以下、CVD と称する。）により Ti、Zr 等の炭化物、窒化物、炭窒化物の硬質膜を利用した被覆硬質部材が多く用いられている。特に PVD 法で作製された被覆硬質部材は成膜温度が 500℃ 以下と低いため、皮膜と母材の反応が殆どなく母材強度を活かすことができる。そのため現在ではフライス切削用スローアウェイチップ、エンドミルなどに多く用いられている。

【0003】 しかしながら、最近では高硬度材の切削や切削速度の高速化が進んでおり、前記 Ti、Zr 等の炭化物、窒化物、炭窒化物では耐熱性が劣るため刃先が高温になると皮膜が劣化して切削寿命が短い。そこで耐酸化性に優れている (Ti、Al)N 膜が注目されるようになり開発が進められている。この膜は前記硬質膜よりも耐熱性に優れており刃先が高温になる高速切削の領域でも優れた性能を発揮し、さらにピッカース硬度も 2300~3000 と硬く耐摩耗性にも優れている。また、改善案として Ti/Al の比率を限定した特公平 5-57705 号や (Ti、Al、Zr)N、(Ti、Al、V)N といったさらに多次元化した皮膜に関する特許（米国特許 4871434 号）も提案されている。

【0004】 更に、PVD、CVD 法などで基体上に Ti、Zr 等の炭化物、窒化物を形成した場合、基体表面の結晶性、及び成膜装置でのガス雰囲気、条件により特定の面に配向した皮膜を得ることができる。特開昭 56-156767 号公報には、超硬合金またはサーメット

の基体表面に被覆された Ti、Zr、Hf の炭化物、窒化物、炭窒化物の皮膜の結晶性が (200) 面に強く配向されてなる被覆硬質合金について記載されている。このようにして形成される皮膜の結晶配向性を制御することにより膜特性を向上させることが出来、被覆硬質合金の耐摩耗性、耐欠損性は改善される。

## 【0005】

【発明が解決しようとしている課題】 よって、前記 (Ti、Al)N 膜については Ti/Al 比により皮膜の特性も変わるため、高硬度の膜を得ることが難しい。さらに皮膜の結晶配向性について検討されたことはなく、皮膜と基体との密着性に問題がある。本発明は、前記問題を解決したものであり硬質部材上に Ti と Ti 以外の周期律表 4a、5a、6a 族、Al の中から選ばれる 2 元系、ないし 3 元系の炭化物、窒化物、炭窒化物を被覆させる場合に、皮膜の結晶配向性を最適にすることにより密着性を向上させ耐摩耗性、耐欠損性に優れた被覆硬質部材の提供を目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、超硬部材表面に Ti と Ti 以外の周期律表 4a、5a、6a 族、Al の中から選ばれる 2 元系の窒化物を被覆して皮膜の結晶配向性と基体との密着性について検討を行った結果、最適な結晶配向面があることを見出した。すなわち、本発明の被覆硬質部材は基体表面に PVD または CVD 法によって Ti と Ti 以外の周期律表 4a、5a、6a 族、Al の中から選ばれる 2 元系、ないし 3 元系の炭化物、窒化物、炭窒化物を被覆してなる被覆硬質部材において、皮膜の X 線回折パターンにおける (200) 面のピーク強度を  $I(200)$ 、(111) 面のピーク強度を  $I(111)$  としたときに、

$$I_a = I(200) / I(111)$$

で表される  $I_a$  値が 1.5 以上であることを特徴としている。また、前記皮膜の層と AlN、周期律表 4a、5a、6a 族の炭化物、窒化物、炭窒化物のうち 1 つから選ばれる層を 2 層以上の多層としたことを特徴としている。

## 【0007】

【作用】 表 1 に、各種合金ターゲットを用意してアークイオンプレーティング法により、バイアス電圧値を中電圧 (50~100V)、高電圧 (150~200V)、反応ガス (窒素) 圧力 10<sup>-1</sup> Pa の条件で各種皮膜を 3 μm 作製し、前記  $I_a$  値が異なる場合のスクラッチ試験機による臨界荷重値の評価結果を示す。尚、成膜に用いた基体は 84WC-3TiC-1TiN-3TaC-9vol%Co 組成の超硬工具である。

## 【0008】

【表 1】

番号	膜質	ピーク強度比	臨界荷重値 (N)	バイアス電圧値 (V)
比較例	1 (Ti, Al)N	1.2	31	150
	2 (Ti, Zr)N	0.9	27	200
	3 (Ti, V)N	1.1	24	180
	4 (Ti, Hf)N	0.8	25	160
	5 (Ti, Cr)N	1.4	28	150
	6 (Ti, Nb)N	1.0	21	190
本発明例	7 (Ti, Al)N	2.3	54	80
	8 (Ti, Zr)N	1.6	50	90
	9 (Ti, V)N	2.5	45	60
	10 (Ti, Hf)N	3.1	47	90
	11 (Ti, Cr)N	2.7	51	60
	12 (Ti, Nb)N	1.9	42	70

【0009】ところで、表1より、 $I_a = I(200) / I(111)$ の値はバイアス電圧値により調節することが可能である。中電圧と低バイアス電圧値では適当なイオン衝撃のために残留圧縮応力も小さく密着性に優れているが、高バイアス電圧値にするとイオン衝撃が大きくなって残留圧縮応力も大きくなり膜は剥離し易くなる。しかしながら逆に50V未満の低バイアス電圧値では十分なイオン衝撃が得られないために膜は剥離してしまう。そのため、本検討に用いたアークイオンプレーティング装置では、中電圧を最適バイアス電圧値とした。

【0010】これから、どの皮膜においても $I_a = I(200) / I(111)$ が1.5を越えると臨界荷重値が大きくなり密着性が向上することがわかる。このことから、 $I_a$ の値は1.5以上と決定した。本発明は前記窒化物の他に炭化物、炭窒化物にも適用することができる。また本発明はTiとTi以外の周期律表4a、5a、6a族、Alの中から選ばれる3元素の炭化物、窒化物、炭窒化物にも適用することができる。さらにまた本発明は皮膜を形成する基体を限定するものではなく、WC超硬合金やサーメット、ハイス、或いは耐摩合金等用途に応じて適宜選択すれば良い。以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

#### 【0011】

【実施例】84WC-3TiC-1TiN-3TaC-9vol%Coの組成になるように市販の平均粒径2.5 $\mu$ mのWC粉末、同1.5 $\mu$ mのTiC粉末、同TiN粉末、同1.2 $\mu$ mのTaC粉末をボールミルにて96時間混合し、乾燥造粒の後、SEE42TNのスローアウェイチップをプレスし、焼結後、所定の工具形状に加工した。

【0012】このチップ上にアークイオンプレーティング法により各種合金ターゲットを用意して、表2に示すような皮膜を形成した。そしてこれらの被覆超硬工具を以下の切削条件によりフライス切削試験を行い最大摩耗量が0.2mmに達するまでの切削長を求めた。その結果を表2に併記する。

被削材 SKD61  
 切削速度 250m/min  
 送り 0.2mm/刃  
 切り込み 2.0mm  
 切削油 なし  
 工具形状 SEE42TN-G9V

#### 【0013】

【表2】



番号		膜厚 $\mu\text{m}$	ピーク強度比	切削長 ( $\mu\text{m}$ )	摩耗状態
従 来 例	1	3	1.2	2.3	正常摩耗
	2	3	0.9	2.1	"
	3	3	1.1	1.9	剥離による異常摩耗
	4	3	0.8	1.7	"
	5	3	1.4	2.2	"
	6	3	1.0	2.1	"
本 発 明 例	7	3	2.3	2.9	正常摩耗
	8	3	1.6	3.1	"
	9	3	2.5	2.7	"
	10	3	3.1	3.0	"
	11	3	2.7	2.8	"
	12	3	1.9	2.7	"

【0014】表2より、本発明材7～12はいずれも従来材よりも最大摩耗量が0.2mmに達するまでの切削長が延びるという優れた耐摩耗性を有し、かつ皮膜の密着性が優れているため従来材でみられたようなチッピングやカケが少なく優れた切削性能を示している。

【0015】

【発明の効果】本発明の被覆硬質部材はX線回折パターンの強度比  $I_{a=1(200)} / I_{111}$  が1.5以上の皮膜を有することにより、基体との密着性を向上させ耐摩耗性に優れ格段に長い寿命が得られるものである。